



Fagsamling, Bergen 8/11 2011
Helle Garder, produktspesialist



Dagens agenda

Viktige kvalitetsparametre på laboratoriet

- vekt
- volum
- temperatur

Analyseapparater

- pH
- spektro
- turbiditet

Renhold og sikkerhet på laboratoriet

- oppvask
- Søl
- avtrekk

Viktige kvalitetsparametre

ISO 17025:

Vekt – kontrollodd, referanselodd, kalibrering.

Volum – velge rett produkt, avlesning, kalibrering.

Temperatur – korrekt bruk, velge rett sensor, kontroll- og referansetermometer.



Vekt og lodd

Hva skal man velge ?

-Hvis resultatet skal inngå i en beregning => minst 4 betydende siffer

50,00 gram - 1030 gram – 0,01000 gram

-For alt annet => 3 betydende siffer tilsvarer en usikkerhet 5-10 % litt avhengig av vektttype.

Hvordan vet man at vekten er i orden ?

-Eneste måte er ved å veie et kontrollodd "daglig". Hvis det som vises i displayet er i overensstemmelse med verdien på esken/sertifikatet så er vekten OK.

ISO 17025 sier at kontrolloddet skal være samme tyngde som en "typisk" prøve.

I tillegg til daglig kontroll skal man utfører årlig kalibrering med referanselodd.

Daglige rutiner

Daglig rutine:

Før veiing:

- Skru vekten fra stand by til veie modus
- Sjekk at vekten er i vatter og juster om nødvendig
- Null ut (tara) og sjekk at vekten er stabil.
- Vei kontrolloddet . Noter og sammenlign med tidligere.



Etter veiing:

- Rengjør vekten og rydd rundt.
- Skru vekten fra veie modus til stand by.



Volumetrisk glass på laboratoriet

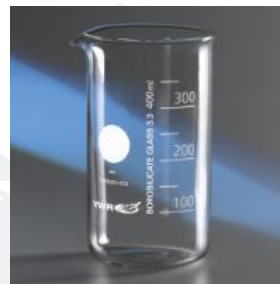
Målebeger/Begerglass/målemugge :

Lages i plast eller glass

Finns i høy og lav form.

Fra 5 ml til 5000 ml.

Nøyaktighet: ?



Målesylinder

Målesylinder:

Lages i glass eller plast

Med blå eller brun gradering.

- Blå gradering er lagt uten på glasset og kan forsvinne i vask

Fra 5 til 4000 ml.

Nøyaktighet: klasse A er bedre end B

Klasse A leveres med batch sertifikat og DKD sertifikat
kan fås som tillegg.



Målekobe

Lages i glass eller plast

Med hvit, blå eller brun gradering.

- Hvit og blå gradering er lagt uten på glasset og kan forsvinne i vask

Brun glas til lysfølsomme prøver

Fra 1 til 10.000 ml.

Nøyaktighet: klasse A er bedre end B

Klasse A leveres med batch sertifikat og DKD sertifikat kan fås som tillegg.



Hvordan bruke volumetrisk utstyr

Hold "målebeholderen" loddrett. Man bør holde fingrene så høyt opp på beholderen som mulig.

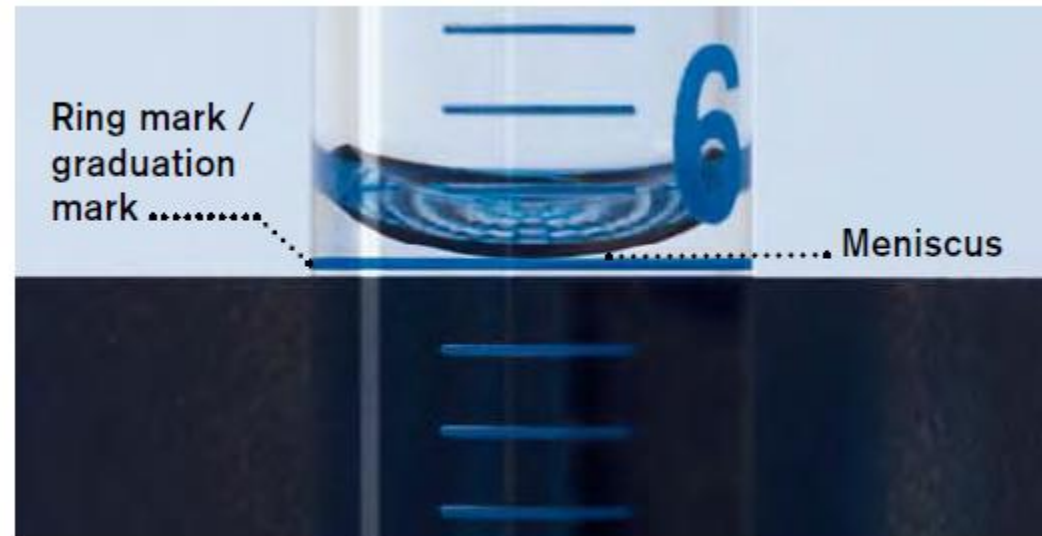
Løft så beholderen kommer i øyehøyde og måleringen ser ut som en strek.

Juster Menisken – det nederste punkt.

Det er lettest å lese av hvis bakgrunnen er lys.

Hold evt. et mørk papir

Rett under avlesningspunktet



Stangpipette

Stangpipette:

Kan sammenlignes med målesylinder.

Har gradering.

Nøyaktighet: Klasse AS og klasse B.

AS -utløbstid + 5 sek. ventetid,

Klasse B – kun utløbstid.

Type 1: Nominell volum i bunn, kan leverer delvolum.

Type 2: Nomonell volum på toppen, kan leverer delvolum – Mest vanlig.

Type 3: Nominell volum i bunn, kan kun leverer nominell volum.



© 2011 VWR International

Fullpipette

Fullpipette:

Kan sammenlignes med målekolbe.

Har ikgen gradering kun full volum.

Nøyaktighet: Klasse AS og klasse B.

AS -utløbstid + 5 sek. ventetid,

Klasse B – kun utløbstid.

Generellt mer nøyaktige enn stangpipetter.



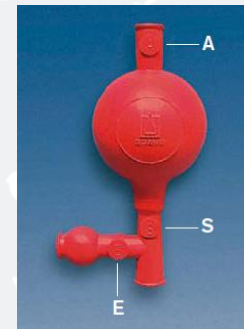
Hvordan bruke en pipette

Fylle:

- Bruk en pipetteballong til å fylle pipetten ca 0,5 cm over merket.
- Tørk pipetten
- Sett menisken.
- Tørk evt. dråpe som henger unner pipetten.

Tømme:

- Hold pipetten loddrett inn mot veggen av beholderen.
- Vent til alt væske har løpt ut. For AS pipetter husk ekstra ventetid.
- Trekk pipettespissen opp langs veggen av beholderen ca 1 cm for å fjerne overskytende væske.
- Evt. gjenværende væske er "tatt med" i kalibreringen og skal ikke overføres til beholderen.



Fyll - Tørk - Sett - Tøm



Automatiske pipetter

Fra 1ul (0,001 ml) til 10 ml.

Fast eller variabel volum.

Enngangsspisser



Hvordan bruke en automatpipette

Fylle:

- Sett en passende spiss på pipetten.
- Trykk toppen ned til 1. stopp og hold den der.
- dypp spissen ca 2-3 med mer ned i væsken.
- slipp knappen forsiktig slik at toppen går opp igjen og væske suges opp i spissen.

Tømme:

- Hold pipettens spiss loddrett inn mot veggen av beholderen.
- Trykk toppen ned til 1. stopp og hold den der slik at væske tømmes ut.
- Trykk toppen ned til 2.stopp for å "blåse ut" resten av væsken.
- Trekk pipettespissen opp langs veggen av beholderen ca 1 cm for å fjerne overskytende væske.

Fyll

-

Tøm

-

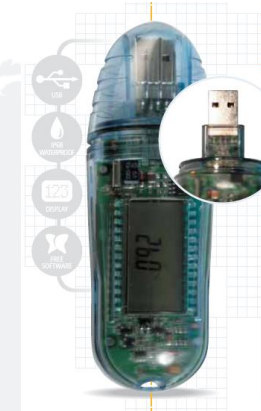
”skyt” spissen av.



Temperatur.

Termometer : Gir et øyeblikksbilde av temperaturen

Logger : Gir et tilbakeblikk på temperaturforløpet.



Ved transport anvendes loggere for å dokumenterer at temperaturen ikke har vært uten for det tillatte område. Pdf-loggere genererer en komplett rapport direkte på PC.



På laboratoriet anvendes loggere for å dokumenterer stabile forhold over tid.

- kjøleskap
- frysere
- Varmeskap
- varmeblokke
- Romtemperatur

Kan evt kombineres med fuktighet.



Analyseapparater

pH måler

Fotometer til ulike parametre som KOF (COD) , total N, total P, fri klor

++++

Turbidimeter



pH

Portabel eller bordmodell.

Glasselektrode eller Gel elektrode.

Temperaturkompensasjon.

Buffere



Portable pH apparater

Portable modeller leveres med Gel (epoxy) elektrode, og gjerne i koffert for enkel transport.



Bordmodeller pH

Bordmodeller leveres med glasselektrode og gjerne stativ for permanent oppsett.



Elektroden

pH range	0...14
Temperature range	-5...+80 °C
Shaft	Noryl, 12 mm Ø
Shaft length L	120 mm
Zero point	pH = 7.0 ± 0.3
Diaphragm	fibre
Reference system	Ag/AgCl
Reference electrolyte	gel (KCl), low maintenance, not refillable
Shape of glass membrane	cylindrical
Resistance of glass membrane (25 °C)	400 MΩ
Type of membrane glass	A



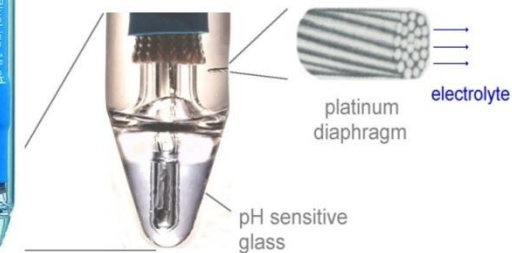
pH range	0...14
Temperature range	-5...+100 °C
Shaft	glass, 12 mm Ø
Shaft length L L	120 mm
Zero point	pH = 7.0 ± 0.3
Diaphragm	platinum
Reference system	Ag/AgCl
Reference electrolyte	KCl 3 mol/l
Shape of glass membrane	conical
Resistance of glass membrane (25 °C)	200 MΩ
Type of membrane glass	A

DETTE LIKER ELEKTRODER IKKE:

- Å bli oppbevart i destillert vann.
- Å bli oppbevart tørt.
- Å bli brukt til rørepinne.
- Å bli rengjort mekanisk. (for eksempel gnippet m. kost)
- Å få tettet diafragmaet.
- Å få forurenset diafragmaet.
- Å bli kalibrert i "gjenbruks" buffer.



pH combination electrode

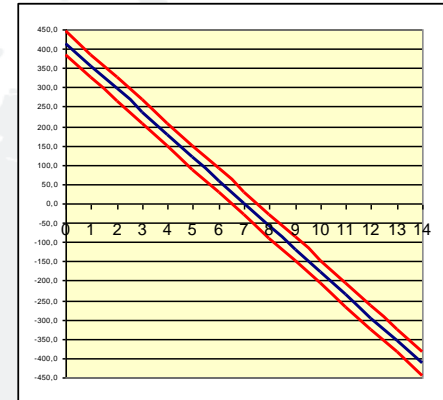


Buffere

pH 4 – 7 – 10 er mest vanlig.

Velg 1, 2 eller 3 punkt kalibrering.

- 1. punkt gir nullpunkt og teoretisk heldning.
- 2 punkt gir nullpunkt og faktisk heldning
- 3 punkt eller flere gir mer nøyaktige verdier på nullpunkt og heldning.
- Det ideelle nullpunkt er 0,0 mV/pH7 (+/-15) Den ideelle heldning er -59,16 mv/pH (-55...-60)



Velg buffer som er tilpasset apparatets kalibrering.

- I manualen skal det alltid stå hvilke buffere som kan anvendes, for eksempel Tec, NIST, ConCal osv...

Buffere skal alltid være ferske ! Ikke la stå og ikke held tilbake i flasken.

Temperaturkompensasjon

Enkleste måte – automatisk kompensasjon:

Velge en elektrode med innebygget temperaturfølger (eller separat føler) , og velg buffer som allerede er lagt inn i pH-måleren.

Manuell kompensasjon:

Velge en elektrode med innebygget temperaturfølger (eller separat føler) , og legg inn verdier for buffer unner kalibrering.

Vanskeligste måte:

Justerer alle løsninger til 25°C f.eks i et vannbad og måle direkte uten kompensasjon.

Hvis ting ikke stemmer:

I 99 ut av 100 tilfelle er det elektroden den er gal med !

Sjekk om elektroden er fylt med elektrolytt. En tør elektrode er nesten "umulig" å gjenopplive.

Husk at påfyllingshullet må åpnes før man kan måle – og lukkes igjen etter bruk for å forhindre uttørking.

Rens elektroden uten å gnikke ! Bruk lunken vann og skyll gjerne unner springen (kun den del av elektroden som vanligvis er i berøring med prøve)

Det finns egne renseløsninger for fett (diethylether) og proteiner (pepsin/HCL 1% av hver i vann) som med fordel kan anvendes jevnlig dersom ens prøver ikke er vandige.

Hvis diaphragmet er helt tett kan man dyppe elektroden (igjen - kun den del av elektroden som vanligvis er i berøring med prøve) i konsentrert HCl i 10 sekunder! Skyll deretter godt med vann og sett elektroden i elektrolytt (3 molar KCl) i minimum 1 time.

Fotometer

Enkle apparater til få parametre
"ekte" spektrofotometre til multiparameter.

Velg lette og robuste apparater til feltbruk.

Mest vanlige: KOF (COD) Total N, Total P, fri klor, farge.

Enten "celletest" eller kjemikaliese



Generellt

Generelt om fotometre:



- Bruk de kjemikalier som passer til apparatet – spesielt "cellest" kan ikke fritt bruker om hverandre pga forhåndskalibrering av apparatet.
- Vær nøye med å rengjøre kyvetter som brukes flere ganger. Dette gjelder spesielt når det veksles mellom høye og lave prøver.
- Kyvetter må tørkes forsiktig med fnuggfritt papir. Fnugg og riper kan påvirke resultatet av målingen.
- Bruk standard referanse materiale til alle viktige parametre. Både som led i kvalitetssikring og som opplæring.



KOF (COD)

Kjemisk oksygenforbruk.

- Mange forskjellige komponenter bidrar til KOF
- Kviksølv er nødvendig for å binne klor slik at det ikke "forstyrrer"
- Oppslutning/oksidation (f.eks 148 C i 120 minutter) viktig for å sikre komplett kjemisk reaksjon.
- Lave og høye nivåer måles med ulike kjemikaliekomplekser. Lave som Kromat (gul), høye som krom III (grønn).
- Etter nedkjøling er fargen stabil i lang tid.
- Viktig: les vedlegget i kjemikaliepakken og ta spesiell hensyn til pH og klornivå.
- Homogenisering av prøven er meget viktig – bruk Ultra Turrax 5.000 – 10.000 rpm.
- Ved sammenligning mellom ulike apparater og laboratorier er det uhyre viktig å kjenne til hvilke metoder som er brukt.

Total P, farge

Total P:

- Viktig: les vedlegget i kjemikaliepakken og ta spesiell hensyn til pH og KOF. Ved høyt KOF vil oksidasjonskjemikalierne bli "spist" og man vil få for lav total P verdi.
- Ved sammenligning mellom ulike apparater og laboratorier er det uhyre viktig å kjenne til hvilke metoder som er brukt.

Farge:

ISO måler ved 430 nm, Norsk standard måler ved 410 nm. Dette kan gi forskjellig resultat og er viktig å ta hensyn til når resultater sammenlignes.

Turbiditet

Velg mellom portabel eller bordmodell.

- Bordmodell har kortere responstid end portabel.

Vær nøye med kalibrering og velg standarder som er på samme nivå som prøvene dine, da det er stor forskjell på turbiditet i ulike typer vann.

Velg apparat ut fra hvilken standard det skal måles i henhold til. ISO 7027 krever IR lyskilde på 860 nm mens USEPA 180.1 krever tungsten lampe med hvit lys.

Vær rask ! Partiklene i prøven må ikke bunnfelle. Turbiditet er et mål på "svevende" partikler.



Renhold og sikkerhet

Oppvaskmaskiner:

For utstyr med smal hals anvendes injektorvogn med dyser.



Viktig at kolben/sylinderen hviler på basen og ikke på spissen av dysen.



Hvorfor ikke bruke en vanlig husholdningsmaskin ?

- Man trenger 3 typer vann – kald/varm/AD.
- Man trenger andre type oppvaskmidler og neutraliseringsmidler => flere pumper.
- Man trenger pakninger og slanger som tåler kjemikalier.
- Man trenger mer kompliserte programmer.



Kjemikaliesøl.

Kan enkelt oppsamles med absorberende midler.

Det skjelnes mellom syre- base- formaldehyd- og organisk søl.

Det finns egne sett for oppsamling av fritt Hg.



Påkledning.

På laboratoriet:

Alltid overtrekksfrakk og briller.

Hansker når man håndterer prøver og kjemikalier.



Bytt hansker ofte – alltid hvis man har sølt – aldri bruk samme hanske to ganger

Avtrekk

Varmebehandling av kjemikalier bør foregå i avtrekk – fare for avdampning ved oppvarming.



Luken må være lengst mulig nede unner arbeide.

Takk for oppmerksomheten



22 90 00 17

Helle.garder@no.vwr.com